

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-111435

⑤ Int. Cl.³

G 01 N 21/35

識別記号

庁内整理番号

7458-2G

⑬ 公開 昭和57年(1982)7月10日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ ATR法赤外線吸収強度測定装置

⑯ 特 願 昭55-189280

⑰ 出 願 昭55(1980)12月27日

⑱ 発 明 者 宮武公夫

京都市南区吉祥院宮の東町2番
地株式会社堀場製作所内

⑲ 発 明 者 石田耕三

京都市南区吉祥院宮の東町2番

地株式会社堀場製作所内

⑳ 発 明 者 網本宏之

京都市南区吉祥院宮の東町2番
地株式会社堀場製作所内

㉑ 出 願 人 株式会社堀場製作所

京都市南区吉祥院宮の東町2番
地

㉒ 代 理 人 弁理士 藤本英夫

明 細 書

1. 発明の名称

ATR法赤外線吸収強度測定装置

2. 特許請求の範囲

赤外光源と検出器との間に形成される単一の光路中に、赤外領域に透明で且つ入射した赤外線が試料との接触面で全反射するようにした高屈折率媒質を介装し、前記接触面で試料中の測定成分に吸収される赤外線吸収強度に基づいて試料中の測定成分を測定する装置において、前記光路中に相関回転セルを介装してあることを特徴とするATR法赤外線吸収強度測定装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、ATR法による赤外線吸収強度測定装置に関する。

ATR (Attenuated Total Reflection) 法は、反射用高屈折率媒質に入射した赤外線がこの高屈折率媒質と試料との接触面で全反射する際、試料による吸収があると、反射率が低下し、透過する赤外線の強度が低下することを利用した赤外

線吸収強度の測定方法であり、通常の透過法では測定できない結晶やゴム状高分子などの測定が可能である。反射用高屈折率媒質を直接試料中に設置できる等々の利点を有している。

このATR法による赤外線吸収強度測定装置としては、反射用の高屈折率媒質としてKRS-5、セレン化ヒ素、シリコン等の材質よりなるプリズムを使用したものが最も一般的であり、単光路方式の装置と2光路方式の装置とがあるが、これらによる場合は、次のような欠点があった。

即ち、第1図に示すように、赤外光源aと検出器bとの間に形成される単一の光路中にプリズムcを介装した単光路方式の装置においては、試料d中に測定成分の吸収波長に対して一様な赤外吸収を示す物質が含まれている場合の当該物質による干渉影響や赤外光源aの経時的な光量変化等が測定誤差となつて現われるので測定精度を期待できない。

また、第2図に示すように、光路を2つに分け、一方の光路には、試料dと接触するプリズムeを

(1)

(2)

介装し、他方の光路には参照物質 d と接触するプリズム c' を介装して干渉成分による吸収波長を含まない参照光を得、前者のプリズム c を経た測定光と前記参照光とに基づいて測定を行なうことにより、干渉影響を除去し、且つ、赤外光源 a の光量変化等による影響を除去した装置においては、ミラー M 等の使用数が多くて光学系が複雑になり、機械的振動等による外乱影響も大きくなるという欠点がある。尚、第2図中、 e はチョツパー、 f はソリッドフィルタである。

このような従来欠点に鑑み、本発明は、ATR法と相関回転セルとを組合わせることにより、2光路方式とすることなく、簡単な構造によつて、測定波長領域に対して一様な赤外吸収を示す干渉成分や赤外光源の光量変化等による影響を除去できる高精度の測定が可能なATR法による赤外線吸収強度測定装置を提供するものである。

即ち、本発明は、赤外光源と検出器との間に形成される単一の光路中に、赤外領域に透明で且つ入射した赤外線が試料との接触面で全反射するよ

(3)

第3図は、本発明に係るATR法による赤外線吸収強度測定装置の一例を示す。図において、1は赤外光源、2は検出器であり、両者1、2間に形成される単一の光路中には、入射した赤外線を試料3との接触面で全反射させる高屈折率媒質としてのプリズム4と、相関回転セル(これは、測定成分ガス又は同じ吸収帯をもつ他の成分ガスを封入したガスフィルタ F_1 と N_2 など吸収のないゼロガスを封入したガスフィルタ F_2 とが回転に伴い前記光路を交互に横切るように構成したものであるが、測定成分の吸収帯波長の赤外光のみを透過させるソリッドフィルタと測定成分の吸収帯以外の赤外光を透過させるソリッドフィルタとを用いて、これらが交互に光路を横切るように構成したものでよい。)5とが介装されている。

上記の構成によれば、赤外光源1からプリズム4に入射した赤外線がプリズム4と試料3との接触面で全反射する際、特定波長の赤外線が試料3中の測定成分により、その測定成分の分子量に対応して吸収される。プリズム4を透過した赤外線

(5)

うにした高屈折率媒質を介装し、前記接触面で試料中の測定成分に吸収される赤外線吸収強度に基づいて試料中の測定成分を測定する装置において、前記光路中に相関回転セルを介装した点に特徴がある。

尚、相関回転セルとしては、測定成分ガス又はこれと同じ吸収帯をもつ他のガスを必要量封入したガスフィルタとゼロガス(例えば N_2)のみを封入したガスフィルタとが前記光路を交互に横切るようにしたもの他、ガスフィルタの代りにソリッドフィルタを用いたものや、ガスフィルタとソリッドフィルタを併用したものでもよい。

而して、本発明によれば、単光路方式であるため構造が簡単であり、それでいて、試料中の測定波長領域に対して一様な赤外吸収を示す干渉成分による影響や赤外光源の光量変化等による影響は、参照光と測定光が同一比率で減少するので除去でき、高精度で安定した測定が可能である。

以下、本発明の実施例を図面に基いて説明する。

(4)

は、相関回転セル5におけるゼロガス封入ガスフィルタ F_2 と測定成分ガス(又は吸収帯を同じくする他の成分)を封入したガスフィルタ F_1 とを、一定周期で交互に通じ、その結果、検出器2は、試料3中の測定成分の分子量に対応して特定波長の赤外線が吸収され、減量している測定光と、前記特定波長の赤外線を透過した参照光とを交互に受光することになる。検出器2の出力信号は、前述の如く演算処理されて、赤外光源1の光量変化や干渉成分による影響が除去される。

従つて、単光路方式の簡単な構造であるにもかかわらず、試料3中の測定成分による赤外線吸収強度の測定を高精度に安定よく行なえるのである。

尚、この実施例では、赤外光源1として、黒体光源を使用しているのが、鏡り6、レンズ7、ソリッドフィルタ8等によつて赤外線を平行光線にしているが、赤外光源1として、赤外レーザー発振器を用いる場合であれば、これら6、7、8は不要である。

第4図は別の実施例を示し、反射用の高屈折率

(6)

媒質として赤外線透過ファイバー4Aを用い、該ファイバー4Aと検出器2との間に相関回転セル5を介装したものである。9は試料容器であり、前記ファイバー4Aはこの試料容器9を貫通している。10aは試料入口、10bは試料出口である。

この実施例によれば、プリズムの代りに赤外線透過ファイバー4Aを用いているため、長尺化が可能であり、赤外光源1、検出器2等の配置関係への制約がなく、装置の構成も簡易化されることになる。即ち、赤外線透過ファイバー4Aは任意形状に彎曲させることができるため、ミラー等を用いずに任意形状の光路を形成でき、例えば、第5図や第6図に示すように、ファイバー4Aの彎曲部を直接試料中に設置することも可能である。

尚、第4図乃至第6図の実施例では、赤外光源1として、赤外レーザー発振器を用いているが、黒体光源を用いてもよい。

4. 図面の簡単な説明

第1図、第2図は夫々従来のATR法による赤

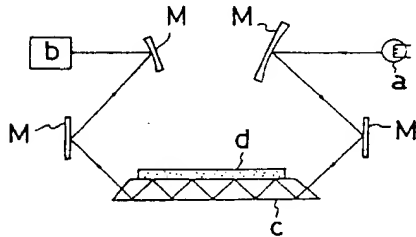
外線吸収強度測定装置の構成図、第3図乃至第6図は本発明の実施例を示すATR法による赤外線吸収強度測定装置の構成図である。

1…赤外光源、2…検出器、4…プリズム（高屈折率媒質の一例）、4A…赤外線透過ファイバー（高屈折率媒質の別の例）、5…相関回転セル

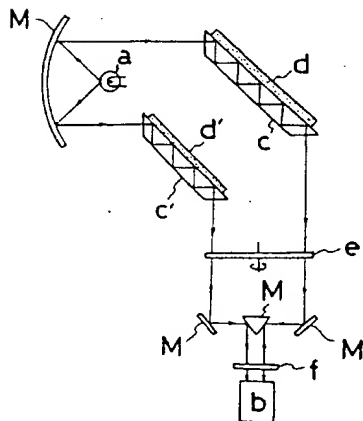
(7)

(8)

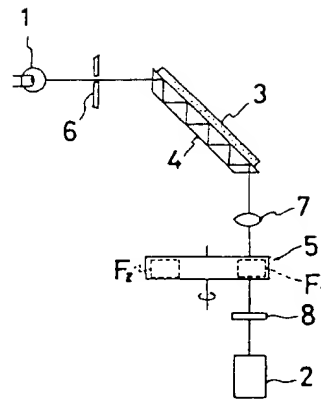
第1図



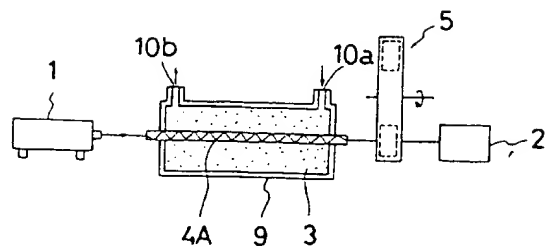
第2図

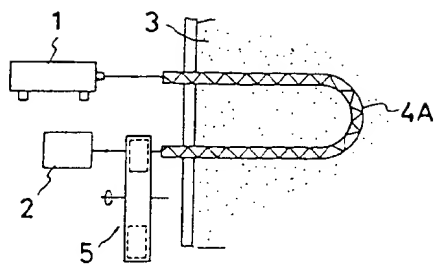


第3図



第4図





第 6 図

